

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
30. August 2001 (30.08.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 01/63002 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: C23C 14/56,  
H01L 21/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/01931

(22) Internationales Anmeldedatum:  
21. Februar 2001 (21.02.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
100 08 829.5 25. Februar 2000 (25.02.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): STEAG RTP SYSTEMS GMBH [DE/DE]; Daim-  
lerstrasse 10, 89160 Dornstadt (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): NENYEI, Zsolt

[DE/DE]; Sperberweg 4, 89134 Wipplingen (DE).  
**LERCH, Wilfried** [DE/DE]; Zwischen den Wiesen  
17, 89160 Dornstadt (DE). **NIESS, Jürgen** [DE/DE];  
Höhenweg 13, 89567 Sontheim (DE). **GRAF, Thomas**  
[DE/DE]; Waldeer Strasse 61, 88400 Biberach (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): JP, KR, SG, US.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT,  
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, SE, TR).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen  
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on  
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe  
der PCT-Gazette verwiesen.



WO 01/63002 A1

(54) Title: METHOD FOR REMOVING ADSORBED MOLECULES FROM A CHAMBER

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM ENTFERNEN VON ADSORBIERTEN MOLEKÜLEN AUS EINER KAMMER

(57) Abstract: In order to quickly and efficiently remove polar molecules, such as water molecules, as well as non-polar molecules, such as oxygen molecules, from a chamber or from objects, second polar molecules having a desorbant effect on the first molecules are introduced into the chamber.

(57) Zusammenfassung: Zum schnellen und effizienten Entfernen von polaren Molekülen, wie z.B. von Wassermolekülen, aber auch von unpolaren Molekülen, wie z.B. Sauerstoffmolekülen, aus einer Kammer bzw. von Objekten werden zweite polare Moleküle in die Kammer eingebracht, die auf die ersten Moleküle eine desorbierende Wirkung haben.

Verfahren zum Entfernen von adsorbierten Molekülen  
aus einer Kammer

5

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Entfernen von auf den Oberflächen einer Kammer und/oder wenigstens eines in der Kammer befindlichen Objekts adsorbierten ersten Molekülen, insbesondere auf das Entfernen von polaren Molekülen aus einer Prozeß- oder Schleusenkammer  
10 einer Schnellheizanlage.

Bei vielen innerhalb einer Prozeßkammer durchgeführten Verfahren, wie beispielsweise CVD-Prozessen oder Wärmebehandlungen von Objekten, vor allem in der Halbleiterindustrie und der Mikroelektronik, kann beispielsweise  
15 Feuchtigkeit das Verfahren beeinträchtigen. Feuchtigkeit neigt dazu, an den Kammerwänden, den Objekten, wie beispielsweise Halbleitersubstraten oder anderen Elementen in der Kammer adsorbiert zu werden. Beispiele für Verfahren, die durch die Anwesenheit von Wasser beeinträchtigt werden, sind die Herstellung von ultraflachen pn-Übergängen (ultra shallow junctions), Metallisierungsprozesse und viele CVD-Prozesse. Wasser beeinträchtigt außerdem  
20 sogenannte COP's oder crystal originated particles, sowie die Ausbildung sauerstofffreier Oberflächenschichten (magic denuded zones).

Die an den Kammerwänden oder den Substraten adsorbierten Wassermoleküle führen zu unerwünschten chemischen Reaktionen, welche ein Behandlungsergebnis beeinträchtigen. Vor allem bei der Wärmebehandlung von Halbleitersubstraten wirkt sich Wasser innerhalb der Reaktionskammer negativ auf die zu behandelnden Substrate bzw. die darauf aufgetragenen Schichten aus. Beispielsweise besitzt Wasser in der Größenordnung von weniger als  
25 1 ppm bis mehreren 100 ppm in einer sauerstofffreien Atmosphäre während einer thermischen Behandlung abhängig von der Prozeßtemperatur eine ätzende Wirkung auf Silizium- oder GaAs-Wafer. Eine ursprünglich glatt polierte Oberfläche des Wafers wird dabei atomar aufgeraut. Es ist möglich, daß sich  
30

auf dem Wafer Zonen eines diffusen Schleiers ausbilden. Auf der Substratoberfläche aufgebrachte Strukturen können hierdurch zerstört oder zumindest beeinträchtigt werden. Darüber hinaus setzt sich das abgeätzte Material des Halbleiterwafers möglicherweise an einer anderen Stelle innerhalb der Prozeßkammer ab, wodurch die Kammer kontaminiert wird.

Die Ursache für Wasser innerhalb einer Prozeßkammer ist vor allem die Luftfeuchtigkeit der Umgebungsluft. Bei jedem Öffnen der Prozeßkammer, beispielsweise zum Entnehmen und Einführen des zu behandelnden Objekts oder bei Wartungsarbeiten, dringt Luft in die Prozeßkammer ein. In Reinräumen liegt die relative Luftfeuchtigkeit in der Regel zwischen 38 % und 42 %. Das in der Luft vorhandene Wasser setzt sich auf dem zu behandelnden Objekt oder den Kammerinnenwänden ab. Besonders verstärkt tritt dieses Problem nach einer zuvor erfolgten naßchemischen Behandlung des Objekts auf.

In diesen Fällen wird Wasser in wesentlich größeren Mengen von der Substratoberfläche adsorbiert. Aber auch besondere Beschichtungen eines Wafers mit verschiedenen Materialien, wie sie in der Halbleitertechnik häufig vorkommen, können die Adsorptionswirkung gegenüber Wasser erhöhen. Siliziumdioxid, welches häufig als Beschichtungsmaterial eingesetzt ist, ist stark hydrophil und besitzt eine große Adsorptionswirkung gegenüber Wasser. Insbesondere bei CVD-Prozessen kann die Prozeßkammer durch pulverförmige Abscheidungen verunreinigt werden. In diesen Fällen kann eine große Menge an Wasser adsorbiert werden, da infolge der pulverförmigen Mikroteilchen in der Kammer eine vergrößerte Oberfläche für die Adsorption zur Verfügung steht.

Um Wasser aus einer Prozeßkammer zu entfernen, ist es bekannt, die Kammer über einen längeren Zeitraum mit einem inerten Gas zu spülen. Dabei sind Spülzeiten von bis zu 12 Stunden keine Seltenheit, um den Wasseranteil innerhalb der Prozeßkammer auf ein akzeptables Maß zu reduzieren, wie es beispielsweise von Andrew, Inman, Haider, Gillespie & Brookshire in „Increasing equipment uptime through in situ moisture monitoring“, Solid State Technology, August 1998, beschrieben wird. Bei Systemen, bei denen das Sub-

strat über eine Schleuse in die Kammer eingeführt wird, sogenannte Load-lock-Systeme, muß nicht die gesamte Kammer, sondern lediglich die kleinere Schleusenkommer, in der sich der Wafer vor dem Beladen befindet, gespült werden. Die Spülzeit verringert sich dabei zwar auf 4 Stunden, ist aber noch  
5 immer außerordentlich hoch, wodurch die Behandlung von Halbleiterwafern unwirtschaftlich wird.

Ausgehend von diesem bekannten Verfahren liegt der vorliegenden Erfindung daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum schnellen und effizienten  
10 Entfernen von polaren Molekülen, wie z. B. von Wassermolekülen, aber auch von unpolaren Molekülen, wie z. B. Sauerstoffmolekülen, aus einer Kammer vorzusehen. Dabei bezieht sich die vorliegende Erfindung insbesondere auf das Entfernen von Wassermolekülen aus einer Prozeß- und/oder Schleusenkommer einer Schnellheisanlage.

15

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch Einleiten von zweiten polaren Molekülen in die Kammer gelöst, die auf die ersten Moleküle eine desorbierende Wirkung ausüben. Das Einleiten der zweiten polaren Moleküle beschleunigt die Desorption der unerwünschten ersten Moleküle. Nach dem Lösen der ersten Moleküle nehmen die zweiten polaren Moleküle vorzugsweise die Stelle  
20 der ersten Moleküle ein, so daß eine erneute Adsorption verhindert wird. Dadurch lassen sich schneller vorgegebene Grenzwerte für die Konzentration der ersten Moleküle innerhalb der Kammer erreichen, wodurch sich die Durchsatzraten der Anlage und somit ihre Wirtschaftlichkeit erhöhen lassen.  
25 Gleichzeitig lassen sich geringere Werte der Konzentration der ersten Moleküle innerhalb der Kammer erreichen, was zu besseren Prozeßergebnissen führt. Vorzugsweise sind die ersten Moleküle Wasser- und/oder Sauerstoffmoleküle, welche auf Halbleiterwafer eine ätzende Wirkung haben können. Durch Entfernen dieser Moleküle kann daher eine Beschädigung der Wafer  
30 oder der darauf angebrachten Strukturen verhindert werden.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird vor, während und/oder nach dem Einleiten der zweiten polaren Moleküle ein Spülgas, ins-

besondere ein inertes Gas oder  $N_2$ , durch die Kammer geleitet, um die desorbierten ersten Moleküle zuverlässig aus der Kammer auszubringen. Dabei wird bei einer Ausführungsform der Erfindung vorzugsweise zunächst Spülgas und anschließend eine Mischung aus Spülgas und den zweiten polaren Molekülen durch die Kammer geleitet, um zunächst eine Vorspülung zu erreichen. Erst nach der Vorspülung werden die zweiten polaren Moleküle durch die Kammer geleitet, um eine weitere Desorption der ersten Moleküle zu bewirken. Durch diesen zweistufigen Schritt kann die Menge der verwendeten zweiten polaren Moleküle verringert werden. Um beispielsweise Wasser bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von ca. 40 % und Raumtemperatur mittels  $NH_3$  auszubringen, erweist sich ein Mischungsverhältnis von 9:1 zwischen dem Spülgas und dem polaren  $NH_3$  als vorteilhaft.

Bei einer alternativen Ausführungsform werden zunächst das Spülgas und anschließend die zweiten polaren Moleküle durch die Kammer geleitet, um wiederum einen zweistufigen Vorgang zu erreichen. Dadurch, daß in dem zweiten Schritt nur polare Moleküle durch die Kammer geleitet werden, wird die Desorptionswirkung stark erhöht. Nach dem zweiten Schritt kann vorteilhafterweise wieder ein Spülgas durch die Kammer geleitet werden.

Um die Desorption der ersten Moleküle zu unterstützen, wird vorzugsweise die Temperatur innerhalb der Kammer gesteuert. Dabei werden vorzugsweise die Wände der Kammer und/oder ein in der Kammer befindliches Objekt, wie beispielsweise ein Halbleiterwafer, erhitzt. Für eine gute Desorptionswirkung wird das Objekt vorzugsweise auf einen Temperaturbereich zwischen 400 °C und 800 °C erhitzt.

Die Desorption kann vorteilhafterweise auch dadurch gefördert werden, daß die zweiten polaren Moleküle und/oder das Spülgas vor dem Einleiten in die Kammer erhitzt werden.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung bestehen die zweiten polaren Moleküle aus Stickstoff und Wasserstoff und bilden insbesondere

NH<sub>3</sub>-Moleküle. Bei einer alternativen Ausführungsform der Erfindung weisen die zweiten polaren Moleküle Fluor und/oder Chlor auf. Bei der Wahl des Austausch-Adsorbats ist darauf zu achten, daß die zweiten polaren Moleküle den gewünschten Schnellheizprozeß unterstützen und keinesfalls stören. So wird beispielsweise eine unerwünschte oxidierende Wirkung von Wasser vermieden, indem man NH<sub>3</sub> als zweites polares Molekül wählt und somit eine häufig erwünschte Nitridation oder eine reduktive Wirkung auf das zu prozessierende Objekt herbeiführt. Abhängig vom Prozeß können die zweiten polaren Moleküle NH<sub>3</sub>, O<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub>, NO, PH<sub>3</sub>, SiH<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub> oder schwachpolare Moleküle wie TiCl<sub>4</sub> oder SiH<sub>4</sub> sein, wobei im Rahmen ihrer chemischen Verträglichkeit auch Gemische dieser Gase eingesetzt werden können. Vorteilhafterweise wird der Druck in der Kammer auf einen Überdruck oder einen Unterdruck gesteuert. Auch kann ein sequentielles Desorbieren in mehreren Spülstufen von Vorteil sein, wobei in jeder Stufe andere polare Moleküle oder Molekülgemische verwendet werden.

Die vorliegende ist besonders für das Entfernen von Wasser- und Sauerstoffmolekülen aus der Prozeß- und/oder Schleusenkommer einer Schnellheizanlage zur thermischen Behandlung von Halbleiterwafern geeignet.

Die Erfindung wird nachstehend anhand bevorzugter Ausführungsbeispiele unter Bezugnahme auf die Figuren näher erläutert. Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Schnittansicht einer Vorrichtung zum thermischen Behandeln eines Substrats;
- Fig. 2a den Wassergehalt in einer Gasströmung beim Verlassen einer Prozeßkammer in Abhängigkeit von der Zeit;
- Fig. 2b ein Diagramm eines Gas-Strömungsverlaufs, sowie eines Temperaturverlaufs innerhalb einer Prozeßkammer in Abhängigkeit von der Zeit;
- Fig. 3a, 3b ähnliche Diagramme wie in den Fig. 2a und 2b mit unterschiedlichen Gasströmungen und Temperaturverläufen;

Fig. 4 ein Diagramm, welches die Auswirkungen mehrmaliger Wiederholungen des erfindungsgemäßen Verfahrens auf die Feuchtigkeit in einer Prozeßkammer zeigt.

5 Figur 1 zeigt eine schematische Darstellung einer Schnellheizanlage 1 zum thermischen Behandeln von Substraten 2, wie sie beispielsweise aus der auf dieselbe Anmelderin zurückgehenden, nicht vorveröffentlichten DE 199 23 400.0 bekannt ist. Die Vorrichtung 1 weist ein Gehäuse 3 auf, welches im Inneren eine verspiegelte Kammer 4 umfassen kann. Innerhalb des Gehäuses 3  
10 ist eine Prozeßkammer 6, die vorzugsweise aus Quarz besteht, vorgesehen. Innerhalb der Prozeßkammer 6 ist eine Auflage zur Aufnahme und zum Halten eines Halbleiterwafers 2 vorgesehen. Die Prozeßkammer 6 besitzt an einem Ende eine Gaseinlaßleitung 8, die mit wenigstens zwei unterschiedlichen Gasquellen 10 und 11 in Verbindung steht. Ein der Gasleitung 8 gegenüber-  
15 liegendes Ende der Prozeßkammer 6 ist durch eine Kammertür 14 verschlossen. Im Bereich der Kammertür 14 kann an der Außenseite des Gehäuses 3 eine Schleusenkammer 16 vorgesehen sein, über die in bekannter Art und Weise Halbleiterwafer 2 in die Prozeßkammer 6 eingebracht und aus ihr entnommen werden.

20

Die Prozeßkammer 6 ist von einer oberen und einer unteren Wand des Gehäuses 3 beabstandet, und in den dazwischen gebildeten Räumen sind Lampenbänke 18, 19 angeordnet, um in bekannter Art und Weise den Halbleiterwafer 2 thermisch zu behandeln. Dabei können die Lampenbänke 18, 19 so-  
25 wohl Wolfram-Halogen-Lampen 7 als auch UV-Lampen 9 aufweisen oder jeweils nur eine Lampensorte.

Während des Öffnens der Schleusenkammer 16 tritt Luft mit einem bestimmten Feuchtigkeitsgehalt in die Schleusenkammer 16 ein, welche beim Öffnen  
30 der Kammertür 14 zumindest teilweise in die Prozeßkammer 6 gelangt. Die in der Luft enthaltene Feuchtigkeit kann auf den Innenwänden der Prozeßkammer 6, den in der Kammer 6 befindlichen Halteelementen und auf dem Halbleiterwafer 2 adsorbieren. Es ist jedoch wichtig, die Feuchtigkeit in der Kam-

mer auf ein Minimum zu reduzieren, da die Feuchtigkeit bei einer thermischen Behandlung des Halbleiterwafers 2 diesen beschädigen kann. So fordern internationale Entwicklungsrichtlinien, wie die Sematech Roadmap oder die International Roadmap For Semiconductors (ITRS) im Zuge der 0,13  $\mu\text{m}$ -  
5 Technologie einen Gesamtgehalt an Oxidanten, d. h.  $\text{O}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}$  von weniger als 1 ppm innerhalb der Kammer.

Um den Feuchtigkeitsgehalt derart zu reduzieren, wird über die Leitung 8 von der Gasquelle 10 her ein Spülgas, wie beispielsweise ein inertes Gas oder  $\text{N}_2$ ,  
10 in die Prozeßkammer 6 eingeleitet und an einer geeigneten, nicht gezeigten Stelle ausgeleitet. Das Spülgas nimmt einen Teil der Feuchtigkeit auf und transportiert ihn aus der Prozeßkammer 6 hinaus. Um eine Desorption von adsorbierten  $\text{O}_2$ - und  $\text{H}_2\text{O}$ -Molekülen zu erreichen, wird zusätzlich ein polare Moleküle enthaltendes Gas, wie beispielsweise  $\text{NH}_3$ , aus der Gasquelle 11 in  
15 die Leitung 8 und die Prozeßkammer 6 eingeleitet. Die polaren Moleküle besitzen eine desorbierende Wirkung auf Wasser und Sauerstoff und ermöglichen somit eine bessere Entfernung des Wassers und des Sauerstoffs aus der Kammer 6. Dabei kann das Gas aus polaren Molekülen in den Spülgasstrom eingeleitet werden, oder der Spülgasstrom kann unterbrochen und  
20 nur polares Gas in die Kammer 6 eingeleitet werden, um eine gute Desorptionswirkung vorzusehen. Anschließend kann wiederum ein Spülgas in die Kammer 6 eingeleitet werden, oder ein Prozeßgas, welches bestimmte Reaktionen während der thermischen Behandlung des Halbleiterwafers 2 fördert. Diese Schritte lassen sich beliebig oft wiederholen, wobei in jedem Schritt an-  
25 dere Gase verwendet werden können. Die desorbierende Wirkung kann auch durch ein Gasgemisch aus verschiedenen polaren Molekülen erzielt werden, deren Konzentration den Prozeßbedingungen, wie z. B. Temperatur und Druck, angepaßt werden kann. Ferner können die desorbierend wirkenden polaren Moleküle auch erst in der Reaktionskammer erzeugt werden. Bei-  
30 spielsweise läßt sich mittels UV-Strahlung bei einer Sauerstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre Ozon erzeugen.



Als polare Gase, welche auf Wasser eine desorbierende Wirkung ausüben, eignen sich zum Beispiel Stickstoff-Wasserstoff-Verbindungen wie Ammoniak  $\text{NH}_3$  oder Hydrazin  $\text{N}_2\text{H}_4$ , Wasserstoff-Halogen-Verbindungen wie  $\text{HCl}$ , Stickstoff-Halogen-Verbindungen wie  $\text{NF}_3$  und halogenisierte Kohlenwasserstoffverbindungen wie  $\text{CH}_3\text{F}$  oder  $\text{CHCl}_3$  (Chloroform) usw., um nur einige Beispiele zu nennen.

Gemäß der Adsorptionstheorie (Adsorptions-Isotherme von Langmuir) ist eine Erhöhung des Partialdrucks der verwendeten Gase vorteilhaft. Insbesondere ist ein Überdruck des polaren Gases von Vorteil.

Für gewisse Schnellheizprozesse erlaubt die Verwendung von  $\text{NH}_3$  vorteilhaft die Reduktion der Prozeßtemperatur und damit die thermische Belastung des Substrats, da  $\text{NH}_3$  auf verschiedene Arten dissoziiert und reaktiven Wasserstoff abspaltet.

Für das erfindungsgemäße Verfahren ist es nicht notwendig, die Prozeßkammer stufenweise oder kontinuierlich mit einem polaren Gas zu spülen. Bei bestimmten Anwendungen ist ein periodischer Spülvorgang zum Entfernen des Wassers vorteilhaft, bei dem sich ein Spül- oder Prozeßgas und ein polares Gas im Gasstrom nach vorgegebener Modulation abwechseln. Um die Desorption von Wasser zu fördern, kann die Temperatur der Prozeßkammer und/oder des Wafers 2 während der einzelnen Spülvorgänge variiert werden.

Figur 2 zeigt die Ergebnisse eines Tests, der den Einfluß eines polaren Gases auf die Feuchtigkeitskonzentration innerhalb einer Prozeßkammer einer Schnellheizanlage zeigt. Der Test wurde auf einer Schnellheizanlage vom Typ AST 2800E der STEAG RTP Systems GmbH durchgeführt. Ein oberes Diagramm zeigt den Gehalt von Wassermolekülen in einer aus einer Prozeßkammer austretenden Gasströmung in ppm, d. h. in Teilchen pro Million. In dem in Figur 2b gezeigten Diagramm zeigt eine erste Kurve 21 einen Argonfluß durch die Prozeßkammer der Schnellheizanlage; eine zweite Kurve 22 einen Ammoniak- $(\text{NH}_3)$ -Fluß durch die Prozeßkammer und eine dritte Kurve

23 die Temperatur eines in der Kammer befindlichen Halbleiterwafers, wie sie durch ein Pyrometer in bekannter Art und Weise gemessen wurde.

Wie man aus den beiden Diagrammen erkennen kann, sinkt in den ersten 60  
5 Sekunden nach Beginn einer Argonströmung von ca. 10 slm der Wassergehalt in dem aus der Prozeßkammer austretenden Gasstrom kontinuierlich auf 4 ppm ab. Dies kommt daher, daß die Argonströmung Wassermoleküle aus der Kammer mit nach außen reißt und der Wassergehalt in der Kammer mit der Zeit absinkt.

10

Ungefähr 55 Sekunden nach dem Einsetzen der Argonströmung wird eine zusätzliche Strömung von 1 slm Ammoniak in die Kammer eingeleitet, wie in Figur 2b zu sehen ist. Kurz danach steigt der Wasseranteil in dem aus der Kammer austretenden Gasstrom auf 8 ppm an, was darauf zurückzuführen ist,  
15 daß die Ammoniakmoleküle eine desorbierende Wirkung auf die Wassermoleküle ausüben. Darüber hinaus nehmen die Ammoniakmoleküle die Plätze der Wassermoleküle auf den verschiedenen Oberflächen, wie den Kammerwänden und/oder der Waferoberfläche, ein, wodurch eine erneute Adsorption der Wassermoleküle verhindert wird. Infolge der statistischen Verteilung thermischer Energie auf die einzelnen Moleküle bekommt ein gewisser Bruchteil der  
20 Wassermoleküle stets genügend Energie, um die Adsorptionsenergie zu überwinden und sich von der Oberfläche zu lösen und dabei Adsorptionsplätze frei werden zu lassen. Diese frei gewordenen Plätze werden durch die Ammoniakmoleküle besetzt. Die desorbierten Wassermoleküle werden von  
25 dem Gasstrom aus Argon und Ammoniak erfaßt und aus der Kammer ausgeleitet, wodurch der Wasseranteil im Gasstrom ansteigt, wie in Figur 2a zu sehen ist.

Nach dem anfänglichen Anstieg des Wassergehalts auf ungefähr 8 ppm beginnt der Wassergehalt bei ca. 70 Sekunden wieder abzufallen. Ein erneuter Anstieg des Wassergehalts wird durch eine Erwärmung des Wafers auf eine erhöhte Temperatur erreicht. Wie in der Kurve 23 in Figur 2b zu erkennen ist, wird die Wafertemperatur auf ungefähr 750 °C erwärmt. Diese Erwärmung  
30

fördert die Desorption von Wasser, was sich in einem erneuten Anstieg des Wassergehalts in dem aus der Prozeßkammer austretenden Gasstrom, wie in Figur 2a gezeigt, ergibt. Die Temperatur des Wafers wurde mit einem Pyrometer gemessen. Da ein schwach dotierter Siliziumwafer unterhalb von 450 °C im infraroten Wellenlängenbereich semitransparent ist und eine nicht meßbare schwache thermische Strahlung emittiert, setzt die Temperaturkurve erst ab dieser Grenztemperatur ein.

Der Wafer wird vorzugsweise auf eine Temperatur von 750 °C geheizt und zehn Sekunden lang auf dieser Temperatur gehalten, wie in Figur 2b zu erkennen ist. Vorzugsweise liegt die Wafertemperatur in einem Bereich zwischen 400 °C und 800 °C. Zehn Sekunden genügen, um ein erneutes Maximum des Wasseranteils im Spülgas zu erreichen. Alternativ zum Heizen des Wafers kann auch das Argon- und/oder Ammoniakgas erhitzt werden, um die Desorption von Wasser zu fördern.

Nach dem Abschalten der Heizlampen und dem Abkühlen des Wafers sinkt auch der Gehalt des Wassers im Gasstrom auf einen Bereich unter 3 ppm ab.

Figur 3 zeigt die Ergebnisse eines weiteren Tests mit dem im wesentlichen selben Testaufbau, wie dem zuvor beschriebenen. Wie zuvor wird die Kammer zunächst für ca. 50 Sekunden mit einer Argonströmung mit ca. 10 slm (Kurve 31) vorgespült. Der Wasseranteil des aus der Prozeßkammer austretenden Gassstroms nimmt wiederum kontinuierlich ab. Im Anschluß daran wird die Argonströmung durch eine reine NH<sub>3</sub>-Strömung von 10 slm (Kurve 32) ersetzt. Sofort nach dem Einsetzen der NH<sub>3</sub>-Strömung steigt der Wassergehalt in dem aus der Prozeßkammer austretenden Gasstrom auf 10 ppm an. Bei dem vorhergehenden Test stieg der Wasseranteil nur auf 8 ppm an. Darüber hinaus ist die Spitze des Maximums bei diesem Test viel stärker ausgeprägt. Dies weist auf eine effizientere Wasserdesorption bei einer reinen NH<sub>3</sub>-Strömung im Gegensatz zu einer Argon-Ammoniak-Strömung hin. Da der Wassersensor außerhalb der Reaktionskammer am Gasflußsystem ange-

schlossen war, erfolgten die Spitzen in den Kurven für den H<sub>2</sub>O-Gehalt zum Teil mit 10 - 20 Sekunden Verspätung.

- Wie bei dem vorhergehenden Test gemäß Figur 2 wird ein in der Kammer befindlicher Halbleiterwafer zur Unterstützung der Wasserdesorption aufgeheizt (Kurve 33). Auch in diesem Fall wird ein lokales Maximum der den Wassergehalt im Gasstrom anzeigenden Kurve infolge der Erwärmung des Wafers erzeugt. Mit Ende des Heizschrittes wird von der NH<sub>3</sub>-Strömung wieder auf Ar umgeschaltet (Kurve 34).

10

Die Diagramme gemäß den Figuren 2 und 3 zeigen deutlich eine verbesserte Entfernung von Wasser aus einer Prozeßkammer durch das Einleiten eines polaren Gases, wie beispielsweise Ammoniak, in die Prozeßkammer.

- 15 Ferner ist deutlich gezeigt, daß eine Temperaturerhöhung ebenfalls das Entfernen von Wasser aus einer Prozeßkammer fördert.

Je nach Prozeßbedingungen kann es vorteilhaft sein, die Kammer mit einem Gemisch mehrerer polarer Gase anstatt mit einem einzelnen polaren Gas zu spülen.

20

- Figur 4 zeigt die Auswirkungen mehrmaliger Wiederholung des oben genannten Verfahrens auf den Feuchtigkeitsgehalt in der Prozeßkammer. In dem Diagramm gemäß Figur 4 ist der Wassergehalt in einer aus der Prozeßkammer austretenden Gasströmung in Abhängigkeit von der Zeit gezeigt. Es wurde eine Gasströmung und Temperatursteuerung gemäß Figur 3b zum Reduzieren der Feuchtigkeitskonzentration in der Kammer eingesetzt.

25

- Die Kurve 41 zeigt den Verlauf des Wassergehalts in der aus der Prozeßkammer austretenden Gasströmung bei einem ersten Wafer, und die Kurve 42 zeigt den Verlauf des Wassergehalts in dem austretenden Gasstrom bei der Behandlung des zehnten Wafers.

30

Der Zeitpunkt  $t_1$  markiert den Zeitpunkt, zu dem die Ammoniakströmung während der Behandlung einsetzt.

Während des Be- und Entladens der Wafer wurde eine Argonströmung von 15  
5 slm durch die Kammer hindurch aufrechterhalten, um ein Eindringen von  
Raumluft in die Prozeßkammer zu unterdrücken. Die Behandlungsvorgänge  
wurden für zehn Wafer aufeinanderfolgend durchgeführt. Im Vergleich der  
Kurven 41 und 42 ist deutlich zu erkennen, daß die Kurve 42 nach dem Ein-  
leiten der Ammoniakströmung zum Zeitpunkt  $t_1$  ein viel geringeres lokales  
10 Maximum aufweist, wie die Kurve 41. Daraus ist zu schließen, daß die wie-  
derholte Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens eine erhebliche  
Reduktion des Feuchtigkeitsgehalts in der Kammer zur Folge hat.

Obwohl die Erfindung anhand eines bevorzugten Ausführungsbeispiels be-  
15 schrieben wurde, ist das erfindungsgemäße Verfahren auch bei anderen Vor-  
richtungen anwendbar. Insbesondere ist das beschriebene Verfahren bei An-  
lagen von Vorteil, die über ein Schleusensystem verfügen, zum Beispiel, wenn  
die Prozeßkammer selbst und andere Komponenten der Anlage evakuiert  
sind. In diesen Fällen kann die beschriebene Entfernung von adsorbiertem  
20 Wasser ohne oder mit dem optionalen Heizschritt in der Schleuse durchge-  
führt werden, bevor der Wafer in eine Prozeßkammer eingebracht wird. Auf-  
grund des typischerweise relativ geringen Volumens einer Schleusenkammer  
kann eine rasche Desorption von Wasser erreicht werden. Natürlich kann  
auch in diesen Fällen ein in die Schleusenkammer eingeleitetes Gas erwärmt  
25 werden, um die Desorption von Wasser zu fördern und somit eine raschere  
Verringerung der Feuchtigkeitskonzentration innerhalb der Schleusenkammer  
zu erreichen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Entfernen von auf den Oberflächen einer Kammer und/oder  
5 wenigstens eines in der Kammer befindlichen Objekts adsorbierten ersten Molekülen, insbesondere einer Prozeß- oder Schleusenkammer einer Schnellheizanlage, gekennzeichnet durch Einleiten von zweiten polaren Molekülen in die Kammer, die auf die ersten Moleküle eine desorbierende Wirkung ausüben.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die ersten Moleküle Sauerstoffmoleküle sind.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die ersten Mo-  
15 leküle polar, insbesondere Wasserstoffmoleküle, sind.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß vor, während und/oder nach dem Einleiten der zweiten pola-  
ren Moleküle ein Spülgas, insbesondere ein inertes Gas oder N<sub>2</sub>, durch  
20 die Kammer geleitet wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß zunächst Spülgas und anschließend eine Mischung aus  
Spülgas und den zweiten polaren Molekülen durch die Kammer geleitet  
25 wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Mi-  
schungsverhältnis des Spülgases und der zweiten polaren Moleküle etwa  
9 zu 1 ist.
- 30 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst Spülgas und anschließend die zweiten polaren Moleküle durch die Kammer geleitet werden.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur innerhalb der Kammer gesteuert wird.
- 5 9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Wände der Kammer und/oder ein in der Kammer befindliches Objekt erhitzt werden.
- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Objekt auf einen Temperaturbereich zwischen 400°C und 800°C erhitzt wird.
- 15 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die zweiten polaren Moleküle und/oder das Spülgas vor dem Einleiten in die Kammer erhitzt werden.
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die zweiten polaren Moleküle aus Stickstoff und Wasserstoff bestehen, und insbesondere  $\text{NH}_3$  Moleküle sind.
- 20 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die zweiten polaren Moleküle Fluor und/oder Chlor aufweisen.
- 25 14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck in der Kammer auf einen Überdruck oder einen Unterdruck gesteuert wird.

Fig.1

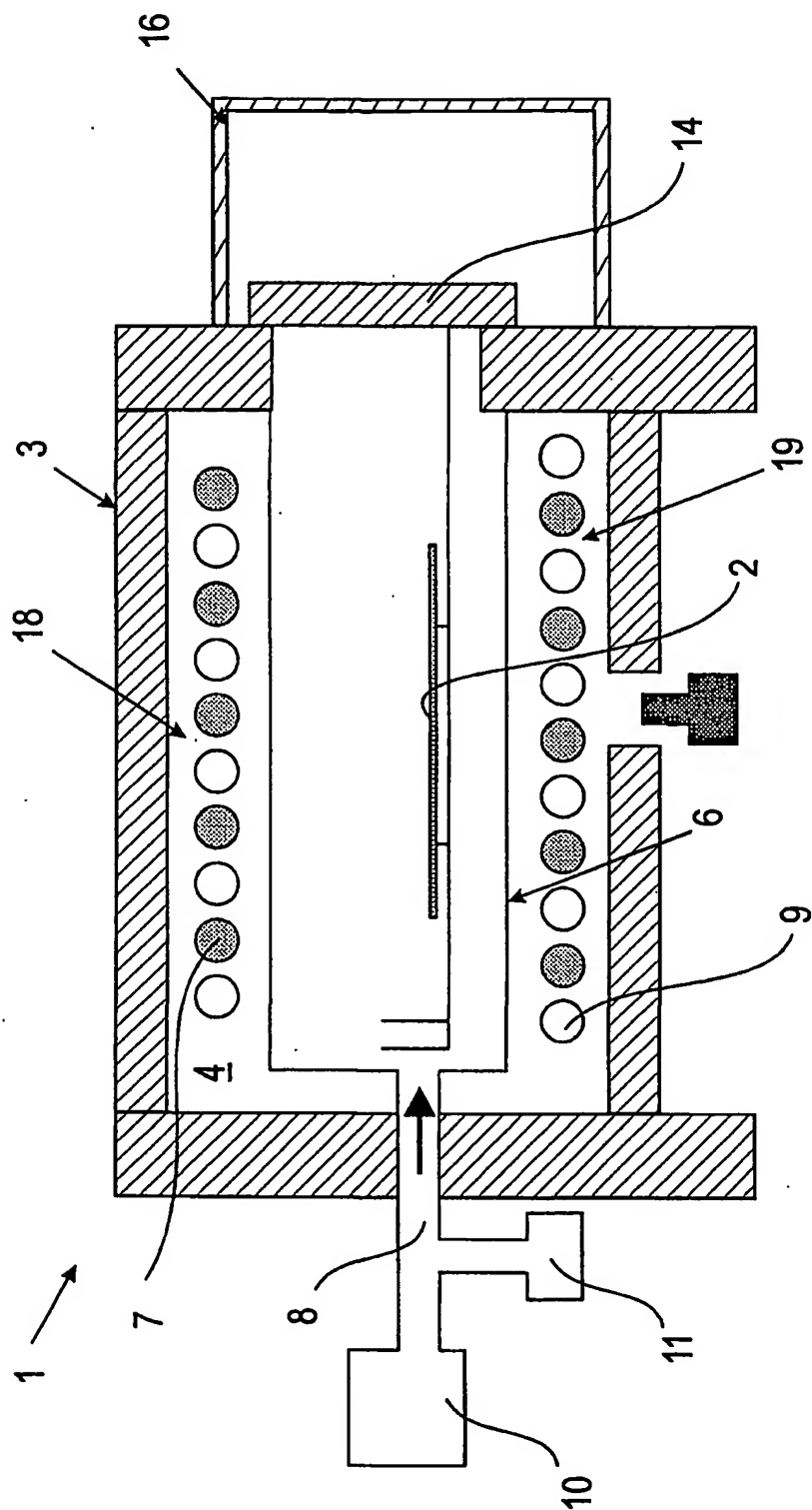




Fig. 2

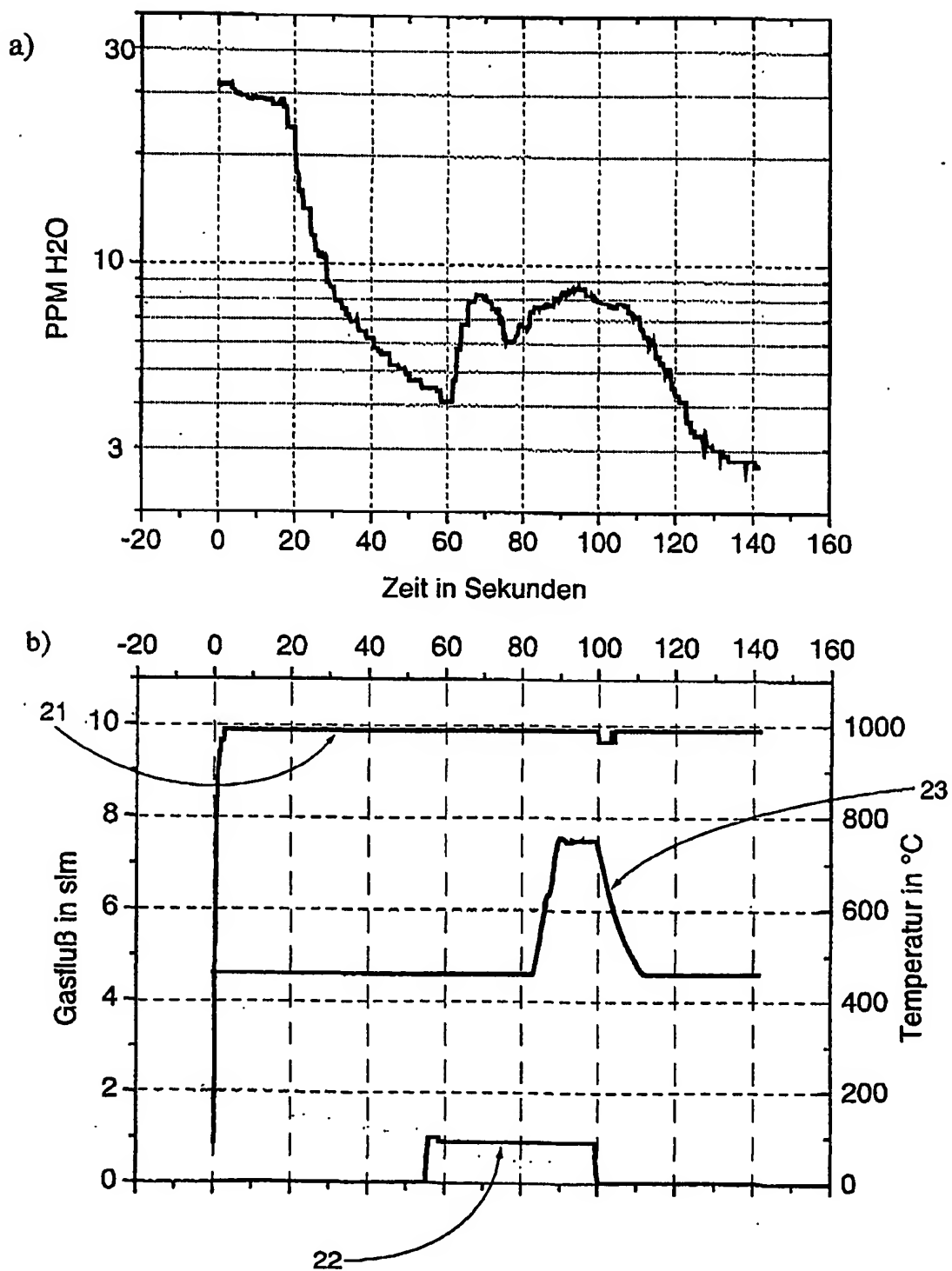


Fig. 3

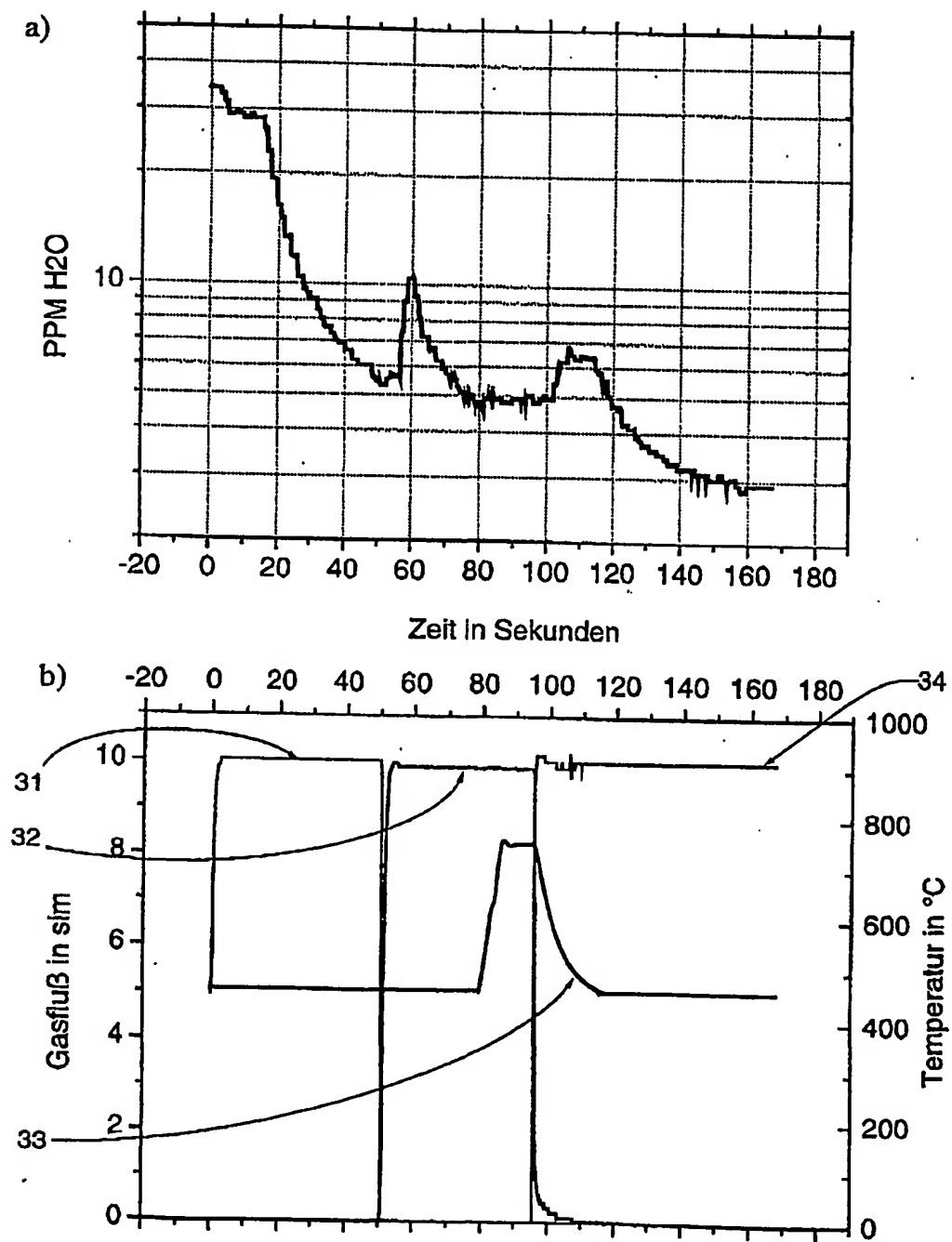
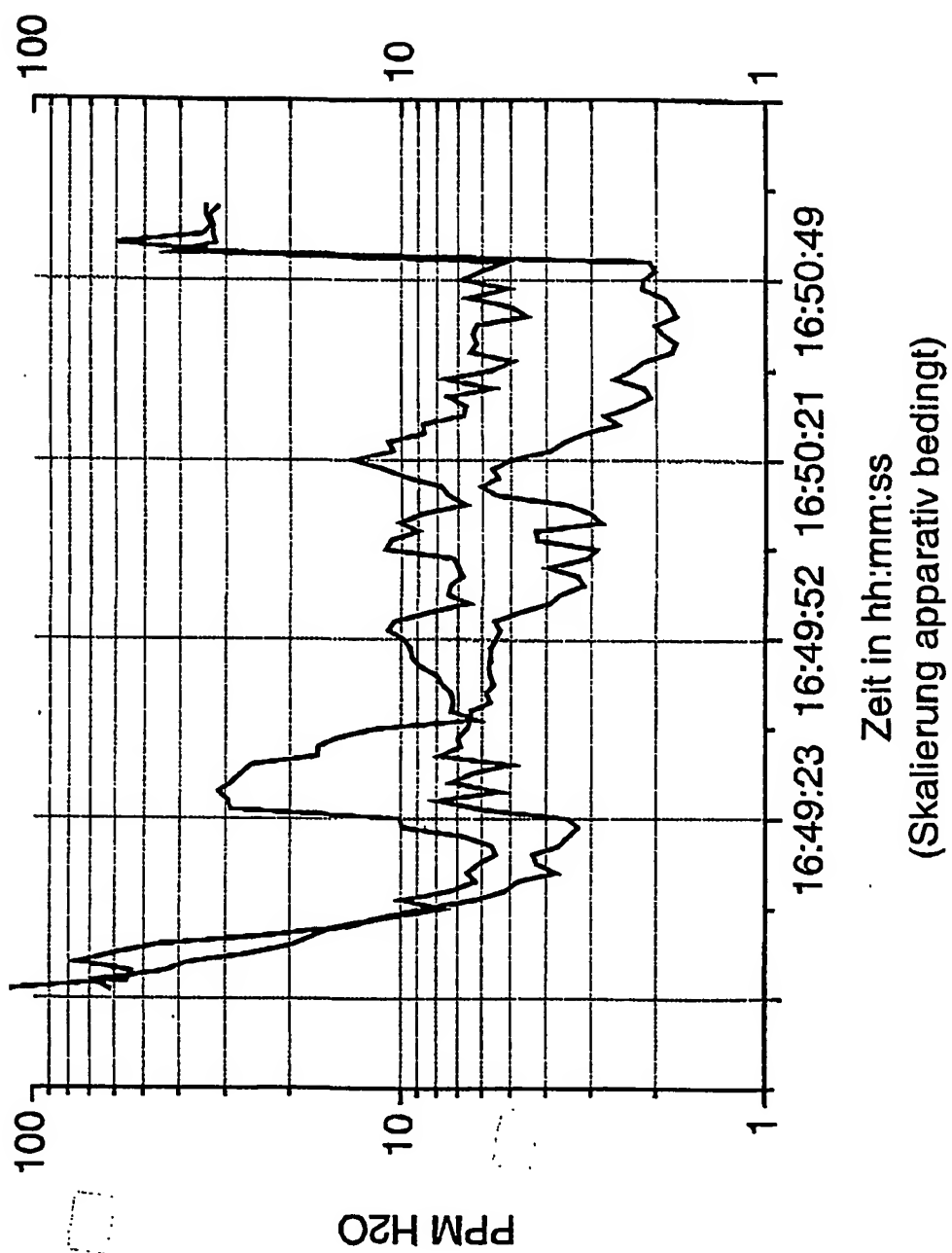


Fig. 4



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/01931

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C23C14/56 H01L21/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	TATENUMA K ET AL: "QUICK ACQUISITION OF CLEAN ULTRAHIGH VACUUM BY CHEMICAL PROCESS TECHNOLOGY" JOURNAL OF VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY: PART A, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, vol. 11, no. 4, PART 02, 1 July 1993 (1993-07-01), pages 1719-1724, XP000403685 ISSN: 0734-2101 the whole document	1,3,4,8, 9,13,14
X	US 4 512 812 A (LIEBERT REUEL B ET AL) 23 April 1985 (1985-04-23) column 4, line 16 - line 39; claims 1,3,4 -/--	1,4,11, 14



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*Z\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 May 2001

Date of mailing of the international search report

21/05/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Patterson, A

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int      nal Application No  
PCT/EP 01/01931

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 279 946 A (SCHAARSCHMIDT E) 18 October 1966 (1966-10-18) claims; example	1,4, 8-10,13

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Information on patent family members

Int. Application No

PCT/EP 01/01931

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4512812 A	23-04-1985	JP 1731448 C JP 4021982 B JP 60077340 A	29-01-1993 14-04-1992 01-05-1985
US 3279946 A	18-10-1966	NONE	

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int. Aktenzeichen

PCT/EP 01/01931

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C23C14/56 H01L21/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	TATENUMA K ET AL: "QUICK ACQUISITION OF CLEAN ULTRAHIGH VACUUM BY CHEMICAL PROCESS TECHNOLOGY" JOURNAL OF VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY: PART A, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, Bd. 11, Nr. 4, PART 02, 1. Juli 1993 (1993-07-01), Seiten 1719-1724, XP000403685 ISSN: 0734-2101 das ganze Dokument	1,3,4,8, 9,13,14
X	US 4 512 812 A (LIEBERT REUEL B ET AL) 23. April 1985 (1985-04-23) Spalte 4, Zeile 16 - Zeile 39; Ansprüche 1,3,4	1,4,11, 14

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindertischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. Mai 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

21/05/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Patterson, A

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte des Aktenzeichen

PCT/EP 01/01931

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>US 3 279 946 A (SCHAARSCHMIDT E)</p> <p>18. Oktober 1966 (1966-10-18)</p> <p>Ansprüche; Beispiel</p> <p>_____</p>	<p>1,4,</p> <p>8-10,13</p>



# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Int. des Aktenzeichens

PCT/EP 01/01931

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4512812 A	23-04-1985	JP 1731448 C	29-01-1993
		JP 4021982 B	14-04-1992
		JP 60077340 A	01-05-1985
US 3279946 A	18-10-1966	KEINE	